

ESTUDO EXPERIMENTAL E NUMÉRICO DO EFEITO DAS TENSÕES RESIDUAIS NOS RESULTADOS DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA E VIABILIDADE DO CÁLCULO EM FILMES

Carlos Eduardo Keutenedjian Mady

carlos.mady@poli.usp.br

Adriana Gómez Gómez

agomez@usp.br

Deniol Katsuki Tanaka

dktanaka@usp.br

Roberto Martins de Souza

roberto.souza@poli.usp.br

Resumo. Neste trabalho foi desenvolvido um modelo bidimensional axisimétrico, usando o método dos elementos finitos, para simular o ensaio de indentação instrumentada. O indentador foi modelado como um cone rígido (meio ângulo de $70,3^\circ$). Os níveis de tensão residual (σ_r), o módulo de elasticidade (E) e o coeficiente de encruamento (n) dos filmes foram variados como forma de análise dos seus efeitos no ensaio de indentação instrumentada. Os resultados indicaram que todas as grandezas (σ_r , E , n) tiveram influência na morfologia da indentação (*pile-up* e *sink-in*), na máxima carga necessária para atingir uma dada profundidade de penetração e na constante da curva de carregamento. Os resultados numéricos foram usados como forma de análise dos resultados experimentais de filmes com diferentes tensões residuais (medidas a partir da difração de raios-X). Foi obtida boa concordância qualitativa na comparação dos resultados experimentais e numéricos, desde que todas as propriedades medidas dos filmes sejam consideradas, e não só a tensão residual. Por fim, foram calculadas tensões residuais por dois métodos: o de Suresh e o de Wang. O primeiro envolve uma clara distinção entre a tensão plástica e elástica e o segundo baseia-se na energia calculada da curva de indentação. Encontrou-se certa correlação com as tensões impostas no resultado numérico, porém para os resultados experimentais não foi possível calcular tensões.

Palavras chave: indentação instrumentada, tensão residual, filmes finos, nitreto de titânio, elementos finitos

1. Introdução

Desde 1932 já se vem estudando os efeitos que a tensão residual acarreta nos ensaios de dureza convencionais (não instrumentados) como o Rockwell e Vickers (Kokubo, 1931). Estudos mostraram que as tensões de tração diminuem a dureza enquanto as tensões de compressão aumentam-na, sendo que no primeiro caso esse efeito é mais visível (Tsui, et al., 1996). Esse fato incentivou vários estudos para tentar encontrar o mesmo efeito utilizando-se o ensaio de indentação instrumentada (Lepienski, et al., 2004).

Autores como Tsui et al. (Tsui, et al., 1996) encontraram esse comportamento ao calcular a área de contato (e propriedades mecânicas com essa área) a partir dos dados do ensaio de indentação instrumentada. Porém, quando os autores mediram a área de contato via recursos ópticos (Fig. (1)) concluíram que não há relação entre a tensão residual e a área de contato. A área medida via recursos ópticos, está de acordo com a medida via dados obtidos da nanoindentação apenas nas tensões residuais máximas de tração. Portanto, ao calcular as propriedades mecânicas com a área real (encontrada via recursos ópticos) não foram encontrados mais efeitos da tensão residual na dureza e no módulo de elasticidade do material.

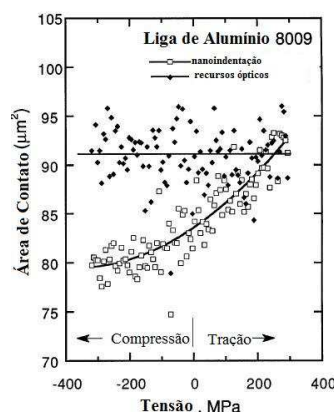


Figura 1. Gráfico da área de contato em função das tensões residuais (Tsui, et al., 1996)

Os autores mostraram duas impressões do ensaio (Fig. (2)) como forma de explicar o efeito da tensão no ensaio de indentação. Nota-se que, em ambas as impressões, houve formação do *pile-up* (empilhamento), porém na amostra com tensão compressiva (Figura 2 a) o *pile-up* se estende por uma região maior.

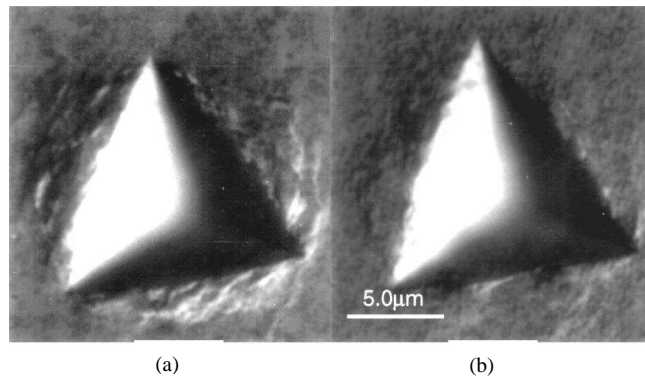


Figura 2. Micrografia óptica de impressões do ensaio de indentação para tensão uniaxial de: (a) -290 MPa (compressão) e (b) +251 MPa (tração) (Tsui, et al., 1996)

Para tentar explicar essa “sub-estimação” da área de contato para as tensões compressivas, Bolshakov et al. (Bolshakov, et al., 1996) realizaram um estudo via o método elementos finitos (MEF). Usou-se a liga de alumínio 8009, a mesma usada por Tsui et al. (Tsui, et al., 1996). Encontrou-se que quanto maior for a tensão residual de compressão, maior o *pile-up*, como indicado na Fig. (3-c). A Fig. (3-a) indica os efeitos dessas diferentes tensões residuais nas curvas obtidas das simulações via MEF do ensaio de indentação (Bolshakov, et al., 1996). Os autores concluíram que, como a forma de análise dos dados obtidos via indentação instrumentada não é bem desenvolvida para existência de *pile-up*, o cálculo da área de contato é subestimado (já que ignora-se o material em contato acima da superfície da amostra), como na Fig. (1).

Embora Tsui et al. terem mostrado que, de fato, não há influências da tensão na dureza verdadeira do material, a “dureza aparente” pode ser útil para caracterização da tensão e essas mudanças levam a uma mudança no comportamento das curvas obtidas no ensaio (Fig. (3-a)). Esse resultado levou Suresh e Giannakopoulos (Suresh, et al., 1998; Giannakopoulos, et al., 1999) sugerirem um método de cálculo de tensões residuais baseado nessa mudança de comportamento dos dados obtidos do ensaio de indentação instrumentada devido à presença de tensões (Tsui, et al., 1996; Lepienski, et al., 2004; Bolshakov, et al., 1996; Swadener, et al., 2001). Wang (Wang, et al., 2006) baseou-se nessa mesma mudança de comportamento para calcular tensões residuais a partir de um método envolvendo cálculo da energia da deformação da indentação.

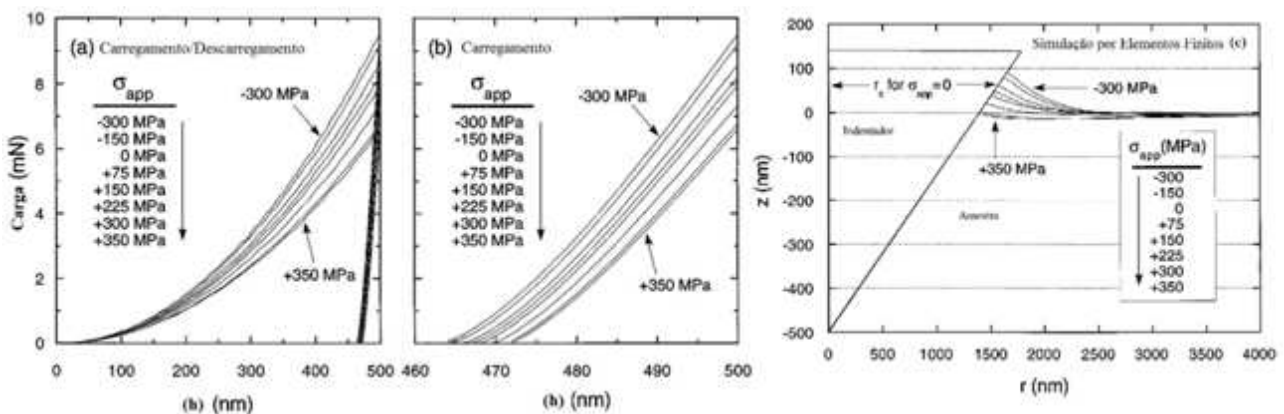


Figura 3. Efeito da variação de tensões residuais na curva obtida do ensaio de indentação instrumentada: (a) curvas completas, (b) parte do descarregamento das curvas; (c) efeito das tensões na geométrica do *pile-up* ao redor do indentador durante o ensaio (Bolshakov, et al., 1996)

Nesse trabalho serão apresentados novos resultados experimentais e numéricos para explorar a relação entre tensões residuais e comportamento do ensaio. Para tal, foram depositados filmes com diferentes níveis de tensão residual, variando-se parâmetros de deposição como *bias* (diferença de potencial aplicada ao substrato) e tempo de deposição. Foram apresentados, também, estudos numéricos no qual simularam-se ensaios em filmes com diferentes níveis de tensões residuais.

2. Procedimento experimental

2.1. Materiais

Foram preparadas 11 amostras para recobrimento por PVD (*Physical Vapor Deposition*). O substrato escolhido foi o aço ferrítico AISI D2 (temperado a 1080°C e com duplo revenimento a 540°C). Como acabamento superficial,

chegou-se até o polimento com sílica-coloidal (pano de 0,25 μm). Após essa etapa foram realizadas as deposições dos filmes no Departamento de Engenharia Metalurgia e de Materiais da Escola Politécnica da USP. O método para a deposição foi o Triodo Magnetron Sputtering Desbalanceado (Fontana, et al., 1999).

Para preparação inicial dos corpos-de-prova, na câmara de deposição, foi realizada uma limpeza a plasma dos substratos, ou seja, houve um bombardeamento com argônio nos mesmos. Posteriormente, antes da deposição do TiN propriamente dito, foi depositada uma pré-camada de titânio puro, o que foi obtido aplicando-se uma corrente de 2 A ao alvo durante dois minutos. Com isso houve formação de um filme de espessura com aproximadamente 150 nm. O intuito dessa camada é conseguir uma melhor adesão entre o filme de TiN e o substrato. Nenhum *bias* (diferença de potencial) foi aplicado ao substrato durante essa pré-deposição (Recco, et al., 2007).

Passada essa etapa, nitrogênio gasoso (N_2) passou a ser injetado na câmara de deposição com uma vazão de 4 cm^3/min . Neste instante a vazão de argônio (Ar) foi fixada em 20 cm^3/min . Esses gases são utilizados para formação da atmosfera de plasma em que possa haver descargas elétricas e, no caso do nitrogênio, para a reação com o titânio e conseqüente formação do TiN (PVD reativo). A corrente aplicada ao alvo continuou igual a 2 A, a pressão na câmara de deposição foi de 3,3 mtorr e a temperatura dos substratos ficou em torno de 300 °C (Recco, et al., 2007). Ao todo foram depositadas 11 amostras, das quais em 8 variou-se o *bias* e em 3 variou-se o tempo de deposição (Tabela 1).

Tabela 1. Amostras depositadas com filme de TiN e respectivos parâmetros de deposição

Amostra	Tempo (h)	Bias (v)	Espessura (μm)
A0	2	0	1,5
A1	2	-20	1,5
A2	2	-40	1,5
A3	2	-60	1,5
A4	2	-90	1,5
A5	2	-100	1,5
A6	2	-150	1,5
A7	2	-200	1,5
A8	1,5	-40	1,1
A9	2,5	-40	1,9
A10	3,5	-40	2,6

2.2. Difração de raios-X

As tensões residuais calculadas por difração de raios-X (DRX) são usadas como base de comparação com os resultados de indentação instrumentada. O método convencional para medir tensões residuais com DRX é denominado $\text{sen}^2\psi$, mas em filmes finos é necessário utilizar uma variação desse método: a técnica de difração de raios-X com ângulo de incidência rasante (Van Acker, et al., 1994). O ângulo de incidência (α) do feixe de difração é mantido fixo e rasante para diminuir a profundidade de penetração e, assim, obter a medida de tensão residual próxima à superfície, ou seja, com menor influência do substrato. Do ensaio de difração é obtido um gráfico da intensidade de difração em função do ângulo difratado (2θ) ou da distância interplanar (difratograma). Para cada pico de intensidade máxima é obtido o parâmetro de rede do material utilizando a relação entre distância interplanar e parâmetro de rede. A deformação da rede cristalina, devido à presença de tensão no material, produzirá um deslocamento nos picos de intensidade máxima no difratograma. Assim, são utilizadas as equações propostas por Giest et al. e Perry et al. que correlacionam o parâmetro de rede com as tensões residuais (Perry, et al., 1994; Geist, et al., 1995).

2.3. Indentação Instrumentada

O ensaio de indentação instrumentada, também chamado de nanoindentação, é uma ferramenta já bastante utilizada para a medição de propriedades mecânicas (módulo de elasticidade, dureza) de materiais em escala micrométrica e inferior (Oliver, et al., 1992). Mais recentemente o ensaio tem sido usado para extração de propriedades elasto-plásticas como a tensão de escoamento e o coeficiente de encruamento (Dao, et al., 2001; Casals, et al., 2005).

Do ensaio é obtida uma curva da carga aplicada em função da profundidade de penetração como indicado na Fig. (4-a), onde P_{max} é a carga máxima aplicada quando o indentador encontra-se na profundidade máxima (h_{max}) e S (equivalente a dP/dh) é a rigidez de contato obtida da curva de descarregamento. Durante o carregamento, o penetrador é deslocado produzindo uma deformação elasto-plástica da amostra. Isso faz com que se tenha uma impressão de dureza na região indentada (h_c), também chamada profundidade de contato. A região de contato é igualmente caracterizada pelo raio de contato a . Na etapa de descarregamento, ocorre a recuperação elástica do material e o deslocamento do mesmo até a profundidade residual, h_f . O deslocamento medido durante o processo de indentação inclui o deslocamento da superfície da amostra ao redor do perímetro de contato (h_s) e inclui, também, o deslocamento na profundidade de contato (h_c) como indicado na Fig. (4) (Oliver, et al., 1992).

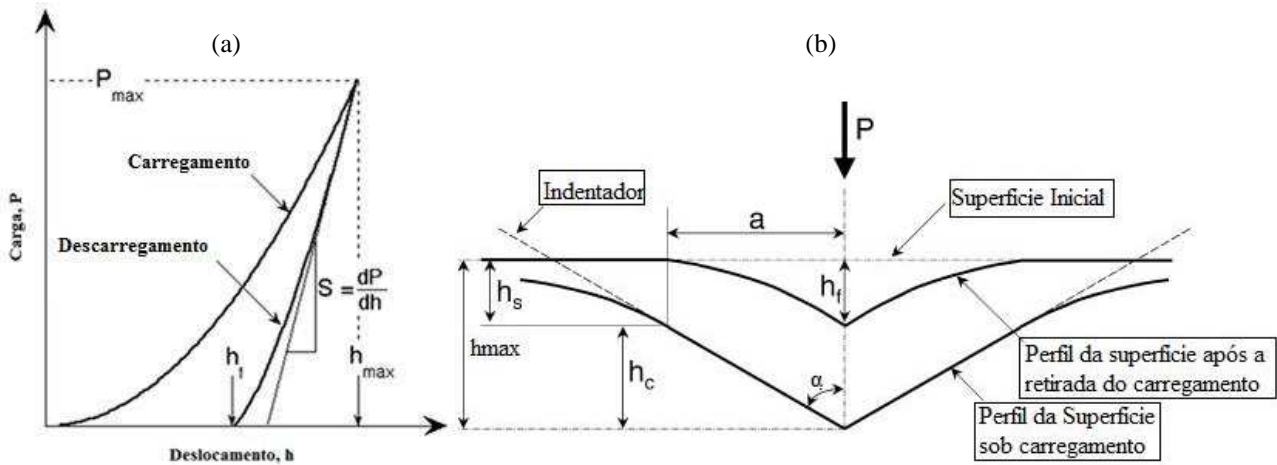


Figura 4. Curva obtida do ensaio de indentação (a) e Comportamento da superfície da amostra durante o ensaio de indentação (b) (Oliver, et al., 1992)

Para determinar a profundidade de contato, definida como a profundidade em que o indentedor e a amostra ficam em contato a uma carga máxima, usa-se a Eq. (1). Nessa, ϵ é um fator de correção que depende da geometria do indentedor (para indentedor Vickers equivale a 0,75).

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (1)$$

A área de contato (A_c) não é diretamente extraída como nos ensaios de dureza convencionais, mas sim como uma função calibrada (Oliver, et al., 1992) para o indentedor na profundidade de contato ($A_c = f(h_c)$), a partir do qual são extraídos o módulo de elasticidade (E) e dureza do material (H).

O equipamento utilizado para as indentações foi o Fischerscope modelo H100V, do Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da USP. O indentedor utilizado foi do tipo Vickers, o raio de arredondamento da ponta equivale a 0,5 μm . Para cada amostra foram realizadas de 15 a 30 indentações com uma carga máxima de 20 mN. O ciclo de carregamento/descarregamento consistiu em um carregamento de 60 s em 60 passos até a carga máxima, manutenção dessa carga por 30 s para que ocorra acomodação (*creep*), seguido de um descarregamento de 60 s em 60 passos até a carga de 0,4 mN no qual novamente dá-se 30 s para o *creep*.

2.4. Simulações utilizando elementos finitos

Foi utilizado um modelo bidimensional, axissimétrico para simular um ensaio de indentação instrumentada. Modelou-se um indentedor rígido, com ângulo entre a vertical e a face do indentedor de 70,3° (ângulo que acarreta equivalência com Vickers). Para tal, foi utilizado o programa ABAQUS versão 6.7-1. Para o filme variou-se o módulo de elasticidade (E) de 200 a 350 GPa, tensão residual (σ_r) de -5 a 2 GPa, e o coeficiente de encruamento (n) de 0,1 a 0,5. A tensão de escoamento do filme foi adotada como 4 GPa e o coeficiente de Poisson foi adotado como 0,2. As propriedades mecânicas do substrato foram mantidas constantes. Adotou-se como módulo de elasticidade 200 GPa, tensão de escoamento 1,5 GPa, coeficiente de Poisson 0,29 e encruamento de 0,2. A Fig.(5) indica o modelo usado para simulação do ensaio de indentação com uma malha de 16380 elementos onde, também, é possível notar a malha com melhor refino na região próxima ao contato. Restringiu-se o movimento horizontal da aresta esquerda do modelo e o movimento vertical da base; restringiu-se, também, o movimento de rotação e horizontal em relação ao ponto RP-1. Como parâmetro de ensaio limitou-se a profundidade de penetração em 0,15 μm .

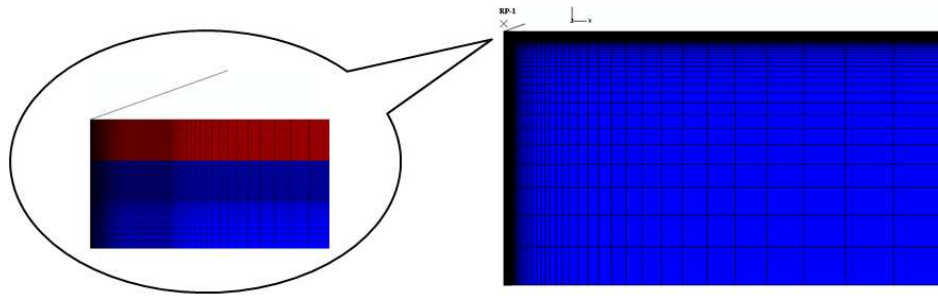


Figura 5. Modelo utilizado para simular um ensaio de indentação instrumentada de um corpo com filme depositado e malha na região próxima ao contato

2.5. Cálculo de tensões residuais via indentação intrumentada

Devido a trabalhos anteriores do grupo, utilizou-se o método proposto por Suresh (Suresh, et al., 1998) para o cálculo de tensão residual, porém com a área de contato calculada pelo método de Oliver e Pharr. As Equações para cálculo o das tensões residuais elásticas dependem do parâmetro de ensaio (fixa-se carga máxima ou profundidade máxima de penetração) e da natureza das tensões (trativas ou compressivas). As Eqs. (2) e (3) são para tensões trativas e sendo que a primeira é para profundidade máxima limitada e a segunda carga máxima. As Eqs. (4) e (5) são para tensões compressivas, sendo que a Eq. (4) é para profundidade máxima e a Eq. (8) carga máxima. Nestas equações e σ_{res} é a tensão residual, p_{ave} (pressão média de contato) é a dureza, α é o ângulo entre a face e a horizontal, A e A_0 são as áreas dos filmes com e sem tensão residual respectivamente e, h e h_0 são profundidades máximas com e sem tensões residuais respectivamente. Para cálculo das tensões plásticas, o autor sugere um procedimento de cálculo que pode ser encontrado no Anexo C de seu artigo (Suresh, et al., 1998).

Atar (2003) sugeriu mudar o fator geométrico ($sen(\alpha)$) para 1 no caso das tensões compressivas, devido ao aumento de magnitude das tensões que esse fator acarreta (Atar, et al., 2003).

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ 1 + \frac{\sigma_{res}}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (2)$$

$$\frac{h^2}{h_0^2} = \left\{ 1 - \frac{\sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (3)$$

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ 1 - \frac{sen(\alpha) \cdot \sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (4)$$

$$\frac{h^2}{h_0^2} = \left\{ 1 + \frac{sen(\alpha) \cdot \sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (5)$$

Para aplicação do método de Wang., corrigiu-se o modelo para um caso mais geral, em que não se impôs um expoente para definir a curva de carregamento e descarregamento, esses foram considerados variáveis determinadas a partir das curvas obtidas do ensaio. A Fig. 6 indica a comparação de uma amostra com tensão compressiva e sem tensão. Os autores afirmam que a energia U_{OAB} deve-se a tensão residual, pois é a diferença entre a curva com e sem tensões.

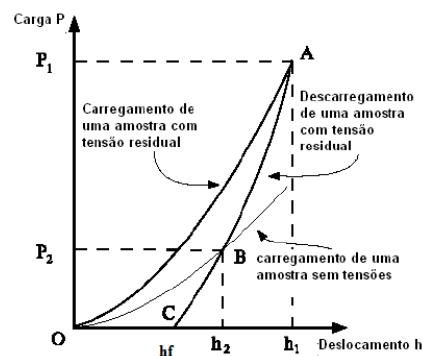


Figura 6. Gráfico de nanoindentações em amostras com e sem tensões residuais (Wang, et al., 2006)

A Eq. (6) indica o trabalho do indentador, onde o índice 1 refere-se às curvas com maior carga para a profundidade de penetração máxima.

$$U_{OAC,1} = P_{ma,1x} \left(\frac{h_{max,1}}{\alpha_1+a} - \frac{h_{max,1}-h_{f,1}}{m_1+1} \right) \quad (6)$$

Para encontrar o ponto de contato entre o carregamento da amostra sem tensão e o descarregamento da amostra com tensão, usa-se a Eq. (7). Nessa h_{int} refere-se à interseção, o índice 2 refere-se à curva com menor carga para a mesma profundidade de penetração.

$$C_2 h_{int}^{\alpha_2} = k_1 (h_{int} - h_f) \quad (7)$$

Wang, em seu artigo, faz a hipótese de que a curva de descarregamento independe das tensões residuais. Então o trabalho do indentador em uma amostra sem tensão fica da forma indicada na Eq. (8).

$$U_{OBC,2} = P_{max,2} \left(\frac{h_{int}}{\alpha_1+a} - \frac{h_{int}-h_{f,1}}{m_1+1} \right) \quad (8)$$

Assim, a tensão residual pode ser calculada pela Eq. (9). Se estiver comparando a amostra sem tensão com a de tensão compressiva, a energia da curva do ensaio desta última terá o índice 1, se a tensão for de tração, o índice desta será 2. O sinal da tensão depende de uma análise prévia das curvas.

$$\sigma_{res} = \frac{U_{OAC,1} - U_{OBC,2}}{2\pi h_f^3 t g^2(\alpha)} \quad (9)$$

3. Resultados e discussão

3.1. Comportamento de ensaio de indentação instrumentada

Do ensaio de indentação instrumentada foi obtida a Fig. (7) que indica o comportamento das curvas obtidas para a amostra A4 (preto), cuja tensão calculada via DRX equivale a -4,8 GPa e a amostra A1 (azul) cuja tensão calculada via DRX equivale a -2,8 GPa. É possível notar que o comportamento indicado na Fig. (3-a) não foi respeitado. A amostra com maior módulo de tensão se comportou como se tivesse um menor módulo. Nota-se, também, que a deformação plástica da amostra A1 foi menor do que a amostra A4 (região na curva de descarregamento que cruza com o eixo das abscissas), indicando um maior período de ensaio sob o regime plástico da amostra com maiores níveis de tensões residuais.

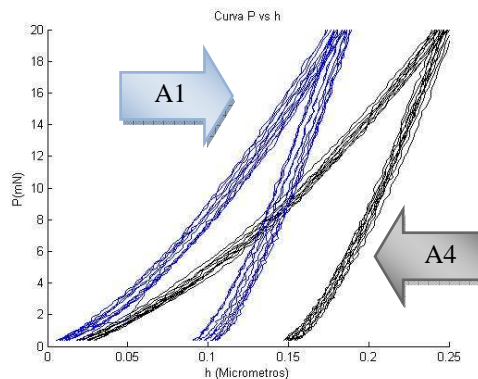


Figura 6. Gráfico de nanoindentações em amostras com e sem tensões residuais (Wang, et al., 2006)

Uma forma de avaliar esse comportamento, para as diversas amostras, seria comparar a profundidade de contato das indentações (Fig. (8)). Em alguns casos respeita-se a hipótese de que filmes com tensões compressivas com um módulo maior de tensão apresentariam, para uma mesma carga, uma menor profundidade de penetração, porém na maioria dos casos esse fato não ocorre, pelo contrário, não há correlação entre as tensões residuais e a profundidade de penetração. A área de contato terá um comportamento semelhante, dado que ela é função da profundidade de contato.

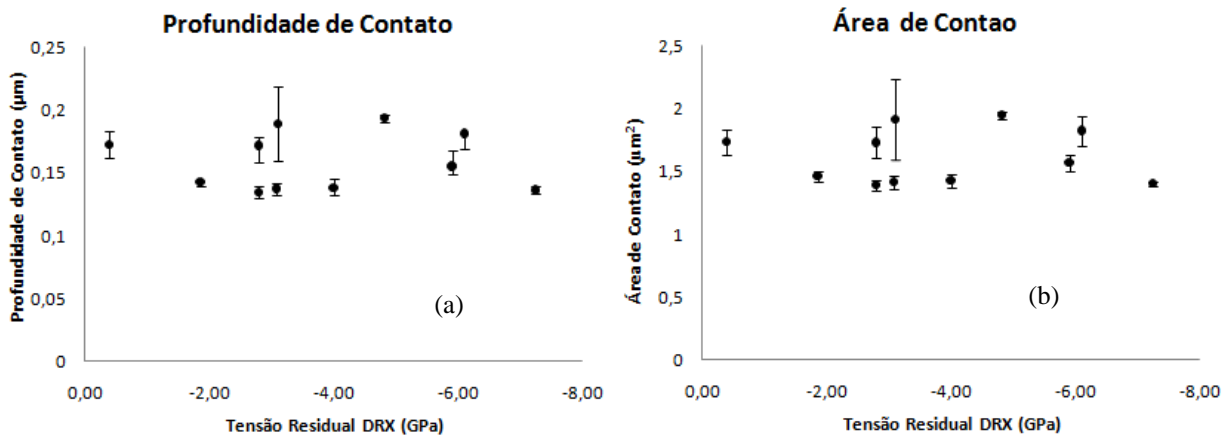


Figura 8. Profundidade de contato em função das tensões residuais calculadas por DRX

A dureza e o módulo de elasticidade estão indicados na Fig. (9). Nota-se que apesar de apesar dessas grandezas variarem em torno de uma média uma análise estatística (comparação de diferentes médias) revela que os valores de módulo de elasticidade e dureza não podem ser considerados iguais em função dos parâmetros de deposição. Com isso ocorre uma quebra nas premissas para cálculo de tensões residuais por indentação.

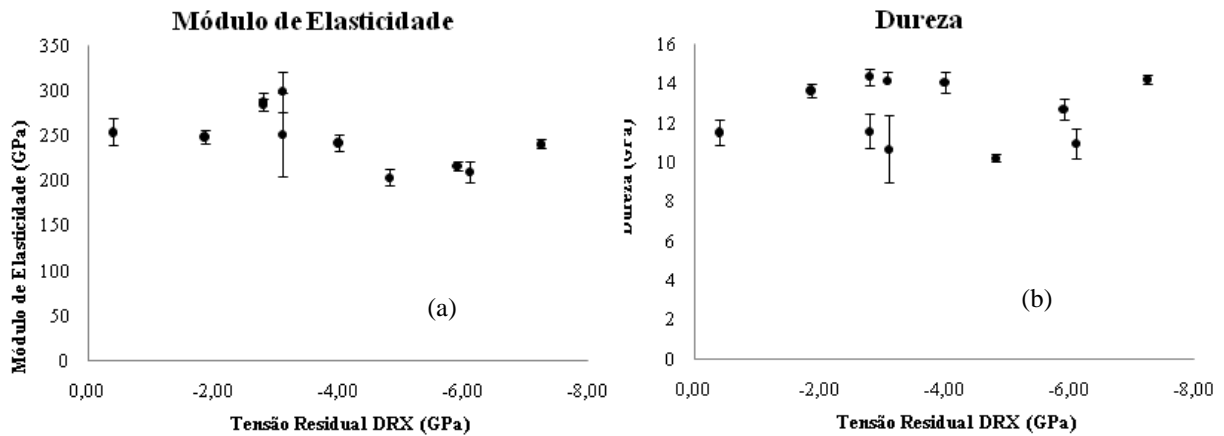


Figura 9 Módulo de elasticidade e dureza em função das tensões calculadas por DRX

Usando o método dos elementos finitos tentou-se reproduzir os resultados da Fig. (7), comparando a indentação de filmes com diferentes módulos de elasticidade, encruamento e tensão residual. O resultado pode ser visto na Fig. (10-a), em que é possível notar que o comportamento proposto na literatura nem sempre pode ser visto. Por outro lado, variando-se apenas as tensões residuais, é possível chegar na Fig. (10-b), no qual é possível notar que respeitou-se os resultados da Fig. (3).

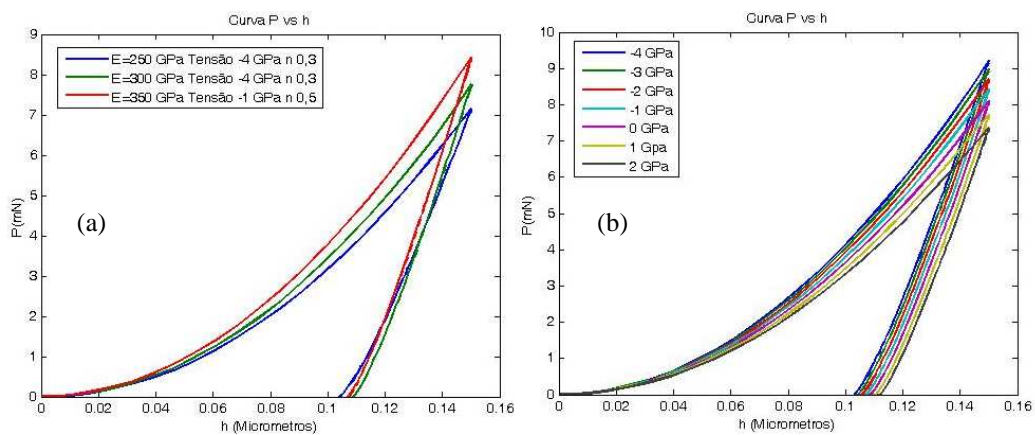


Figura 10. Comparação das curvas de indetação para amostras com diferentes propriedades mecânicas (a) e para amostra em que foram variadas apenas tensões residuais

Para um mesmo módulo de elasticidade e diferentes encruamentos e tensões residuais, foi obtida a Fig. (11), onde é possível notar a variação da profundidade máxima atingida no ensaio em função das tensões residuais. Nessa figura, filmes com tensões compressivas, por exemplo, -4 GPa e encruamento 0,1, sob uma mesma profundidade de penetração do indentedor (parâmetro do ensaio 0,15 μm) possui uma menor carga do que um filme com tensão trativa de 2 GPa e encruamento 0,5.

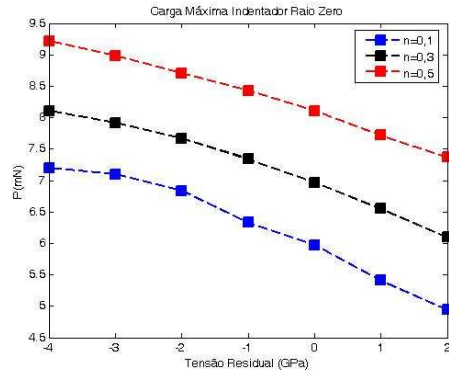


Figura 11. Carga máxima do ensaio para diferentes filmes em função das tensões residuais

Uma análise do comportamento da morfologia ensaio indica que a ocorrência do *pile-up* (empilhamento) ou *sink-in* depende tanto das tensões residuais como do coeficiente de encruamento, assim como indicado na Fig. (12). Para encruamentos menores, há uma maior tendência para a ocorrência desse fenômeno (*pile-up*), como já foi indicado por Bolshakov et al. (Bolshakov, et al., 1996; Bolshakov, et al., 1998). O fenômeno de *pile-up* ocorre quando $0,875 < h_f/h_{max} \leq 1$. Já o fenômeno de *sink-in* ocorre quando $h_f/h_{max} < 0,875$ (Oliver, et al., 1992). É possível notar que para encruamentos maiores há uma maior tendência de formação de *sink-in* (Fig. (12-c)) sendo que esse fenômeno, também, ocorre nos resultados experimentais (Fig. (12-d)).

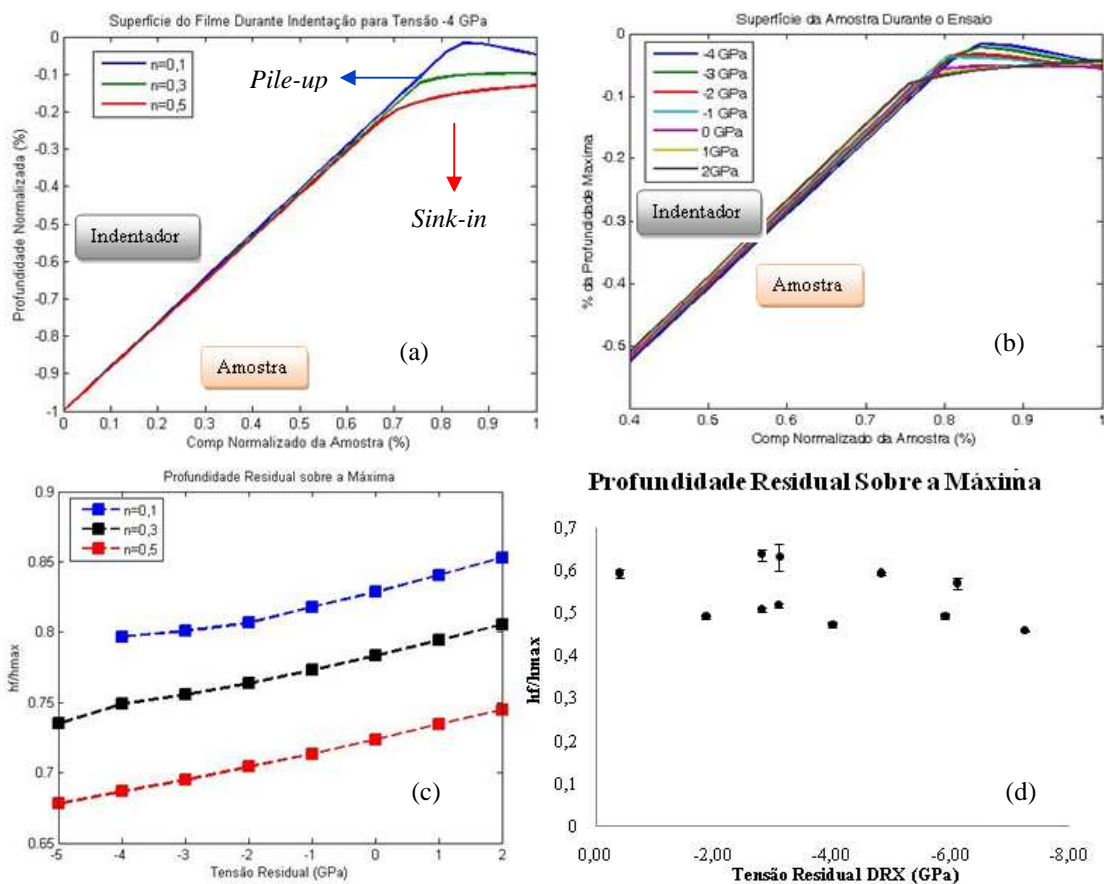


Figura 12. Morfologia do ensaio de indentedor para diferentes encruamentos e tensões residuais e relação h_f/h_{max} : (a) Tensão residual -4 GPa; (b) encruamento 0,1; (c) h_f/h_{max} para resultados numéricos; (d) h_f/h_{max} para resultados experimentais

3.2. Cálculo das tensões residuais

Para os resultados experimentais, os métodos de cálculo de tensão residual não teriam correlação com as tensões residuais de referência (obtidas via DRX), porque os parâmetros de ensaio e propriedades mecânicas não apresentaram correlação com essas mesmas tensões. Porém, para os resultados numéricos em que a única mudança de uma simulação para outra foi o valor de tensão residual aplicou-se os métodos.

O método de Suresh, foi aplicado inicialmente considerando todas as tensões como elásticas, como visto na Fig (13-a). Apesar de haver correlação entre as tensões impostas e as calculadas, a ordem de grandeza é diferente, porém aplicando a mudança proposta por Atar (2003), Fig(13-b) houve correlação e à magnitude das tensões calculadas é próxima da imposta. Nota-se, também, que quanto mais próxima do escoamento, maior é a influência do encruamento nos resultados. A Fig. (13-c) indica os resultados considerando todas as tensões plásticas. Nota-se que apesar de existir certa correlação, a magnitude das tensões plásticas é ordem de grandeza maior do que as impostas. Na Fig. (13-d) estão indicados os gráficos do cálculo de tensões pelo método de Wang. Nota-se que existe correlação entre as tensões impostas e as calculadas, porém, a ordem de grandeza difere. Essa diferença se dá por um fator de correção de aproximadamente 10, que se for adicionado ao cálculo a correlação entre os resultados calculados e as tensões residuais iniciais do ensaio se tornaria próxima de uma reta com coeficiente angular 1.

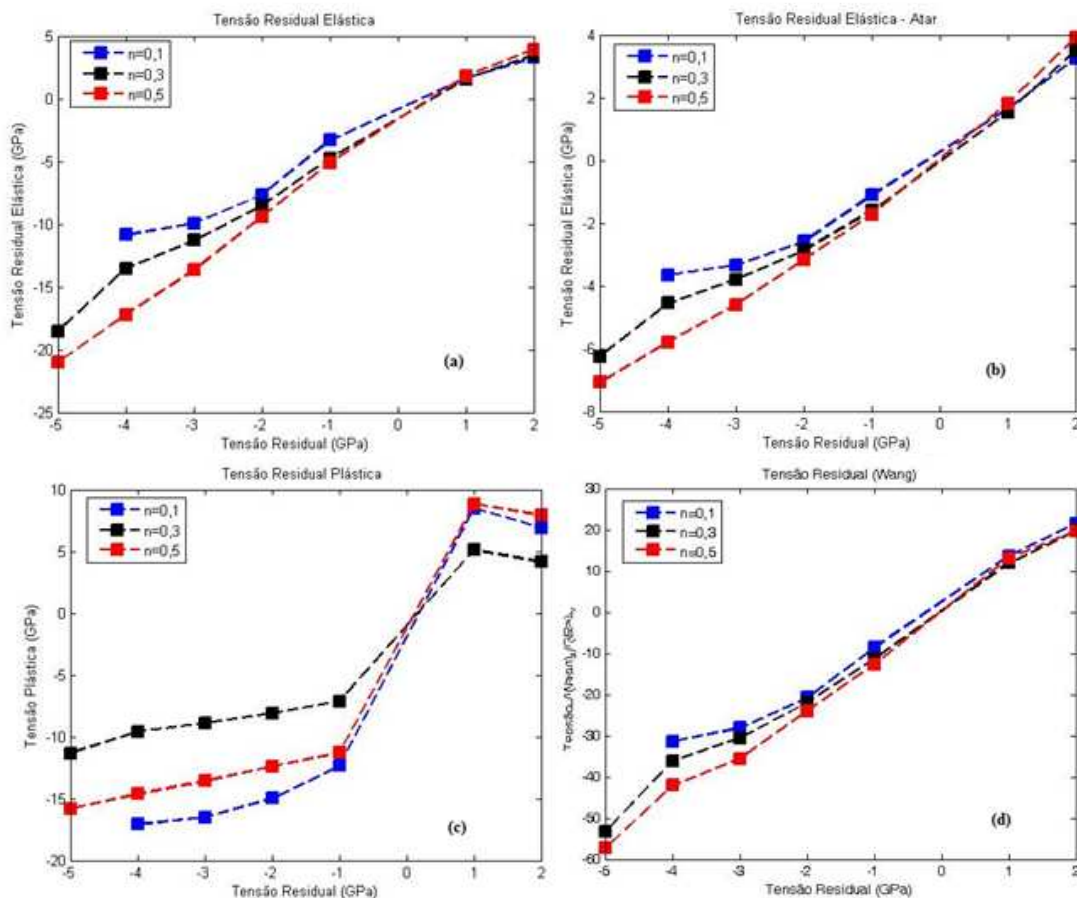


Figura 13. Tensões residuais (a) Elásticas; (b) Elásticas com adaptação de Atar; (c) Plásticas; (d) Método de Wang

4. Conclusões

Um análise dos resultados experimentais inviabiliza o cálculo de tensões residuais em filmes que foram depositados com variação do *bias* como parâmetro de deposição. Os métodos propostos na literatura fazem a exigência de se ter uma amostra sem tensões para comparação, e essa amostra deve ter as mesmas propriedades da amostra cuja tensão será avaliada. Deve-se, também, considerar a existência de *sink-in* nos filmes depositados. O método de Oliver e Pharr é apropriado para esse fenômeno fornecendo a área real, portanto, o efeito das tensões não seria perceptível como quando ocorre o *pile-up*.

Já para os resultados numéricos cujo único parâmetro variado foi a tensão residual, é possível notar que existe uma correlação entre os resultados de tensões calculados com as tensões impostas na simulação.

5. Referências

- Bolshakov, A., Oliver, W.C. e Pharr, G.M., 1996. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II Finite Elements Simulation. *Journal of Material Research*. 1996, Vol. 11.
- Casals, O. e Alcalá, J. 2005. The duality in mechanical property extractions from Vicker and Berkovich instrumented indentation experiments. *Acta Materialia*. 2005, Vol. 53, pp. 3645-3561.
- Dao, M.; Chollacoop, N.; Van Vliet, K.J.; Venkatesh, T.A.; Suresh, S., 2001. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. *Acta mater*. 2001, Vol. 49, pp. 3899-3918.
- Fontana, L. C. e Muzart, J. L. R., 1999. Triode magnetron sputtering TiN film deposition. *Surface and Coating Technology*. 1999, Vol. 114, pp. 7-12.
- Geist, D. E.; Perry, A. J.; Treglio, J. R.; Valvoda, V.; Rafaja, D., 1995. Residual Stress in Ion Implanted Titanium Nitride Studied by Parallel Beam Glancing Incidence X-Ray Diffraction. *Advances in X-ray Analysis*. 1995, Vol. 38, pp. 471-478.
- Giannakopoulos, A. E. e Suresh, S. 1999. Determination of Elastoplastic Properties by Instrumented Sharp Indentation. *Scripta Materialia*. 1999, Vol. 40, pp. 1191-1198.
- Holmberg, K.; Ronkainen, H.; Laukkanen, A.; Wallin, K.; Hogmark, S.; Jacobson, S.; Wiklund, U.; Souza, R.M.; Stahle, P., 2009. Residual stresses in TiN, DLC and MoS2 coated surfaces with regard to their tribological fracture behaviour. *Wears*. 2009.
- Kokubo, S. 1931. *Science report of the tohoku imperial univerty*. 1931. p. 256. 21.
- Lepienski, C. M.; Pharr, G. M.; Park, Y. J.; Watkins, T. R.; Misra, A.; Zhang, X., 2004. Factors limiting the measurement of residual stress in thin films by nanoindentation. *Thin Solid Films*. 2004, Vols. 447-448, pp. 251-257.
- Mura, T. 1982. Micromechanics of Defects in Solids. *Mertimus Nijhoff Publishers The Hange*. 1982.
- Oliver, W. C. e Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, Vol. 17, pp. 1564-1583.
- Perry, A. J., Sue, J. A. e Martin, P. J., 1994. Practical measurement of the residual stress in coatings. *Surface and Coating Technology*. 1994, Vol. 81.
- Recco, A.A.C., Oliveira, I.C. e Massi, M. Maciel, H.S. Tschiptschin, A.P., 2007. Adhesion of reactive magnetron sputtered TiN_x and TiC_y coatings to AISI H13 tool steel. *Surface and coating technology*. 2007, Vol. 202, pp. 1078-1083.
- Suresh, S. e Giannakopoulos, A. E., 1998. A new method for estimating residual stress by instrumented sharp indentation. *Pergamon*. 1998, Vol. 46, pp. 50-63.
- Swadener, J. G., Taljat, B. e Pharr, G. M., 2001. Measurement of residual stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters. *J. Mater. Research*. 2001, Vol. 16, pp. 2091-2102.
- Tsui, T. Y., Oliver, W. C. e Pharr, G. M. 1996. Influences of stress on measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I Experimental studies in an aluminum alloy. *J. of Material Research*. 1996, Vol. 11, pp. 752-759.
- Van Acker, k.; De Buyser, L.; Celis, J. P.; Van Houtte, P., 1994. *J. Appl. Crys.* 1994, Vol. 27, p. 56.
- Wang, Q.; Ozaki, K.; Ishikawa, H.; Nakano, S.; Ogiso, H., 2006. Indentation method to measure the residual stress induced by ion implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. 2006, Vol. 242, pp. 88-92.

EFFECTS OF RESIDUAL STRESS ON THE BEHAVIOR OF INSTRUMENTED INDENTATION DATA AND VIABILITY OF CALCULUS

Carlos Eduardo Keutenedjian Mady

carlos.mady@poli.usp.br

Adriana Gómez Gómez

agomez@usp.br

Deniol Katsuki Tanaka

dktanaka@usp.br

Roberto Martins de Souza

roberto.souza@poli.usp.br

Abstract. In this work, an axisymmetric two dimensional finite element model was developed to simulate instrumented indentation testing of thin ceramic films deposited onto hard steel substrate. The indenter was modeled as a rigid cone (half angle of 70.3°). The level of film residual stress (σ_r), the film elastic modulus (E) and the film work hardening exponent (n) were varied to analyze their effects on instrumented indentation data. Results indicated that all variables (σ_r , E , n) have effects on indentation morphology (pile-up and sink-in), on the maximum load necessary to achieve a given penetration depth. These numerical results were used to analyze experimental data that were obtained with titanium nitride coated specimens with different levels of residual stress. Good qualitative correlation was obtained when numerical and experimental results are compared, as long as all film properties are considered in the analyses, and not only the film residual stress level. Residual stress was calculated using two methodologies: Suresh's and Wang's. The first one makes a clear distinguish between elastic and plastic stress and the second is based on the energy obtained from indentation data. For numerical results a correlation was obtained with imposed stress on test, but for experimental results it was not possible to calculate residual stress.

Keyword: instrumented indentation, residual stress, thin films, titanium nitride, finite elements.